(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum 14. Oktober 2004 (14.10.2004)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer WO 2004/088303 A1

(51) Internationale Patentklassifikation?: F16K 11/074 G01N 30/20,

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/CH2004/000207

(22) Internationales Anmeldedatum:

2. April 2004 (02.04.2004)

(25) Einreichungssprache:

Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache:

Deutsch

(30) Angaben zur Priorität: 594/03

3. April 2003 (03.04.2003) CH

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): CS ANALYTICS AG [CH/CH]; Obere Allmend 6, CH-6375 Beckenried (CH).

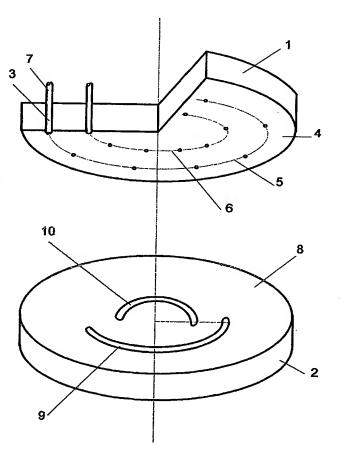
(72) Erfinder; und

- (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): CUENI, Hansjörg [CH/CH]; Rotzbergstrasse 4, CH-6362 Stansstad (CH). SCHERRER, Heiner [CH/CH]; Grabenackerstrasse 11, CH-4227 Büsserach (CH). DÖBELIN, Werner [CH/—]; Grellingerstrasse 4, CH-4153 Reinach (CH).
- (74) Anwalt: BRAUN, André; Braun & Partner, Reussstrasse 22, CH-4054 Basel (CH).
- (81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG,

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: ROTATING VALVE

(54) Bezeichnung: ROTATIONSVENTIL



(57) Abstract: The rotating valve for high performance liquid chromatography (HPLC) has a stator with connections for the solvent reservoirs, pumps, chromatography columns, etc, and a disc-shaped rotor with connecting grooves on the front face for selectively connecting different connections to one another. Said grooves are evenly distributed on two concentric circles. The connecting grooves on the front face of the rotor are configured in the form of circular segments and are arranged in such a way that five connections are simultaneously connected to one another in defined positions of the rotor in each circle.

(57) Zusammenfassung: Das Rotationsventil für die Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC) hat einen Stator mit Anschlüssen für Lösusngsmittelreservoire, Pumpen, Chromatographiesäulen etc. und einen scheibenförmigen Rotor mit stirnseitigen Verbindungsnuten zur wahlweisen Verbindung verschiedener Anschlüsse untereinander. Die sind gleichmässig auf zwei konzentrische Kreise verteilt. Die Verbindungsnuten in der Rotorstirnfläche sind kreissegmentförmig ausgebildet und so angeordnet, dass in definierten Rotorpositionen auf jedem Kreis fünf Anschlüsse gleichzeitig miteinander verbunden sind.

WO 2004/088303 A1

PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PL, PT,

RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

mit internationalem Recherchenbericht

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

- 1 -

Rotationsventil

Die Erfindung betrifft ein Rotationsventil für die Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC) mit einem Stator
mit Anschlüssen für Lösungsmittelreservoire, Pumpen, Chromatographiesäulen etc. und von den Anschlüssen zu Mündungen
in einer Kontaktfläche führenden Bohrungen, sowie einen
scheibenförmigen Rotor mit stirnseitigen Verbindungsnuten
zur wahlweisen Verbindung verschiedener Mündungen untereinander.

Bei Ventilen für die Hochleistungs-Flüssigchromatographie werden, wie auch bei HPLC-Pumpen, seit langem grosse Anstrengungen unternommen, durch Verringerung von Umschaltef-15 fekten möglichst konstante Förderdrücke und Flussraten zu erreichen. Je kleiner die Flussraten werden, desto störender wirken sich die Einflüsse von Toträumen aus, die aber bei Ventilen nicht vollständig eliminiert werden können. Ebenso sind starke Druckpulsationen unerwünscht, die aber 20 bei immer höheren Arbeitsdrücken infolge der Kompressibilität zunehmen. Beide Störungen wirken sich in Peakverbreiterungen und anderen die Messgenauigkeit und die Auflösung beeinträchtigenden Fehlern aus. Derzeit geforderte Fluss-25 raten liegen im Bereich von 10 nl bis 200 μ l und gewünschte Drücke erreichen bereits bis zu 800 bar. Diese Anforderungen sind mit herkömmlichen Ventilen nicht mehr oder nur noch mit hohem Aufwand zufriedenstellend zu erreichen.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Ventil bereitzustellen, mit dem diese negativen Auswirkungen mit vernünftigem Aufwand verringert werden können.

- 2 -

Erfindungsgemäss wird dies mit einem Ventil der eingangs genannten Art dadurch erreicht, dass die Mündungen in der Kontaktfläche gleichmässig auf zwei konzentrische Kreise verteilt und die Verbindungsnuten in der Rotorstirnfläche kreissegmentförmig ausgebildet und so angeordnet sind, dass in definierten Rotorpositionen auf jedem Kreis fünf Mündungen gleichzeitig miteinander verbunden sind.

- 10 Im folgenden werden anhand der beiliegenden Zeichnungen bevorzugte Ausführungsbeispiele der Erfindung beschrieben.
 Es zeigen
- Fig. 1 eine schematische Darstellung eines Rotationsventils nach der Erfindung
 - Fig. 2 6 ein binäres Gradientenpumpensystem mit einem erfindungsgemässen Ventil in verschiedenen Schaltpositionen

20

5

Das in Fig. 1 schematisch dargestellte Rotationsventil besteht im wesentlichen aus einem scheibenförmigen Stator 1 und einem ebenfalls scheibenförmigen Rotor 2. Im Stator sind insgesamt achtzehn durchgängige Bohrungen 3 so angeordnet, dass ihre Mündungen auf der dem Rotor zugewandten Kontaktfläche 4 gleichmässig auf zwei konzentrische Kreise 5, 6 verteilt sind. Auf der Rückseite sind Anschlüsse 7 für Verbindungsleitungen zu Pumpen, Lösungsmittelreservoire, 30 Chromatographiesäulen etc. vorgesehen.

- 3 -

Der Rotor 2 besitzt auf seiner dem Stator zugewandten Stirnfläche 8 zwei kreissegmentförmige Nuten 9, 10, die sich im zusammengebauten Zustand des Ventils, wenn die Stirnfläche des Rotors gegen die Kontaktfläche des Stators gepresst ist, entlang den Kreisen erstrecken, auf denen die Mündungen der Bohrungen 3 liegen. Die Länge der Nuten ist so bemessen, dass jede auf dem ihr entsprechenden Kreis fünf Bohrungsmündungen gleichzeitig miteinander verbinden kann.

10

Bei neun Bohrungsmündungen pro Kreis beträgt der Winkelabstand zwischen zwei Mündungen 40°, so dass die Nuten zur Verbindung von fünf Mündungen sich über einen Winkel von ca. 160° erstrecken müssen. Sie sind so angeordnet, dass jede von ihnen ein Ende an einer gemeinsamen Winkelposition hat, von wo sich eine im Uhrzeigersinn, die andere im Gegenuhrzeigersinn erstreckt.

In der in Fig. 2 gezeigten Konfiguration ist das in schematischer Draufsicht dargestellte Ventil mit zwei Kolbenpum-20 pen 11, 12, zwei Lösungsmittelreservoire 13, 14 und zwei Ausgängen 15, 16 zu einem Gradientensystem für die Lösungsmittelzuführung zu einer Chromatographiesäule verbunden. An dem in der Winkelposition 0° befindliche Anschluss des äusseren Kreises 5 ist eine Pumpe 11 für das im Reservoir 13 25 enthaltene Lösungsmittel A angeschlossen. Der entsprechende 0°-Anschluss des inneren Kreises ist mit dem anderen Reservoir 14 mit dem Lösungsmittel B verbunden. Das zweite Reservoir 13 mit dem Lösungsmittel A ist mit dem in Winkelposition 160° befindlichen Anschluss des äusseren Kreises 30 verbunden. An den entsprechenden Anschluss des inneren Kreises ist die zweite Pumpe 12 für das Lösungsmittel B an-

- 4 -

geschlossen. Schliesslich führt vom äusseren Kreis der Anschluss bei 280°, vom inneren Kreis der Anschluss bei 240° zum Ausgang in Richtung der Säule. Diese beiden Ausgänge werden wie üblich in einem Mixer (nicht gezeigt) zusammengeführt.

5

10

15

In der gezeigten Position des Rotors ist durch die äussere Nut 9 der Anschluss der Pumpe 11 für das Lösungsmittel A mit dem Anschluss für das entsprechende Reservoir 13 verbunden. Die Pumpe 11 kann also in dieser Position das Lösungsmittel A ansaugen. Gleichzeitig ist durch die innere Nut 10 der Anschluss für die andere Pumpe 12 für das Lösungsmittel B mit dem Anschluss für den entsprechenden Ausgang 16 verbunden. Diese Pumpe kann also in dieser Rotorposition das in ihr enthaltene Lösungsmittel B in Richtung Ausgang bzw. Säule fördern.

Zwischen den Pumpen und den jeweiligen Ventilanschlüssen sind hochempfindliche Drucksensoren 17 angeordnet, deren 20 Signale für die Pumpen- und Ventilsteuerung verwendet werden.

Fig. 3 zeigt dieselbe Anordnung, in welcher der Rotor nach dem Ende des Ansaugvorganges der Pumpe 11 um eine Winkelposition im Gegenuhrzeigersinn gedreht ist. In die äussere Nut 9 mündet nun ausser dem Pumpenanschluss kein anderer Anschluss, so dass die Pumpe 11 das vorher angesaugte Lösungsmittel A komprimieren kann, bis der erforderliche bzw. erwünschte Förderdruck erreicht ist. Für das Lösungsmittel B hat sich durch die Umschaltung nichts geändert. Die andere Pumpe 12 ist über die Nut 10 nach wie vor mit dem Ausgang 16 verbunden und fördert gleichmässig weiter.

5

Wenn das Lösungsmittel A den gewünschten Druck erreicht hat und die Förderung beider Lösungsmittel beginnen soll wird der Rotor um einen weitere Winkelschritt im Gegenuhrzeigersinn in die in Fig. 4 gezeigte Position gedreht. In dieser Position sind beide Pumpen mit den beiden Ausgängen verbunden. Das Mischungsverhältnis der beiden Lösungsmittel wird über den Vortrieb der beiden Pumpen gesteuert.

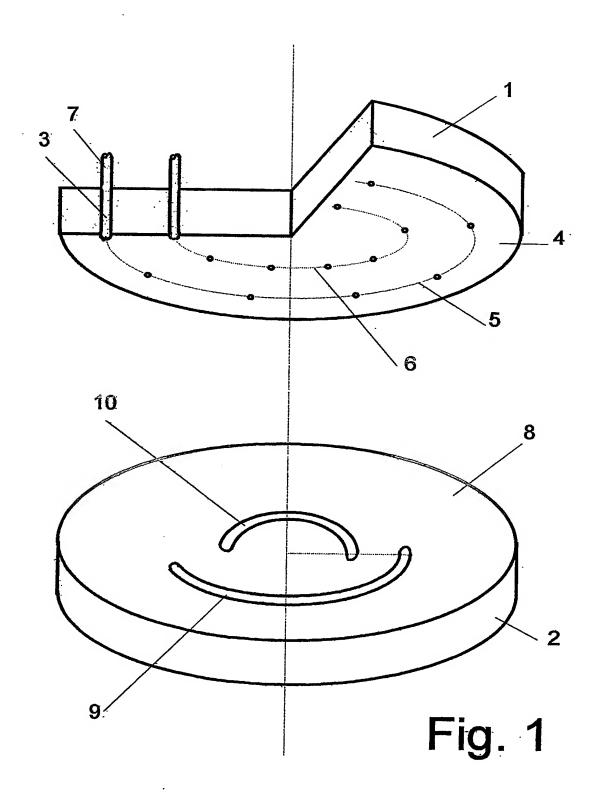
- Wenn die Förderung des Lösungsmittels B durch die Pumpe 12 beendet ist und nur noch Lösungsmittel A gefördert wird, wird der Rotor um zwei Winkelschritte im Gegenuhrzeigersinn in die in Fig. 5 gezeigte Position gedreht. In dieser Position ist die Pumpe 11 über die äussere Nut 9 unverändert mit dem Ausgang 15 verbunden, während die innere Nut 10 die Pumpe 12 mit dem Reservoir 14 des Lösungsmittels B verbindet. Die Pumpe 12 kann sich jetzt wieder mit Lösungsmittel B füllen.
- Durch Rotordrehungen zurück, d.h. im Uhrzeigersinn erfolgen die entsprechenden Schritte in umgekehrter Reihenfolge.

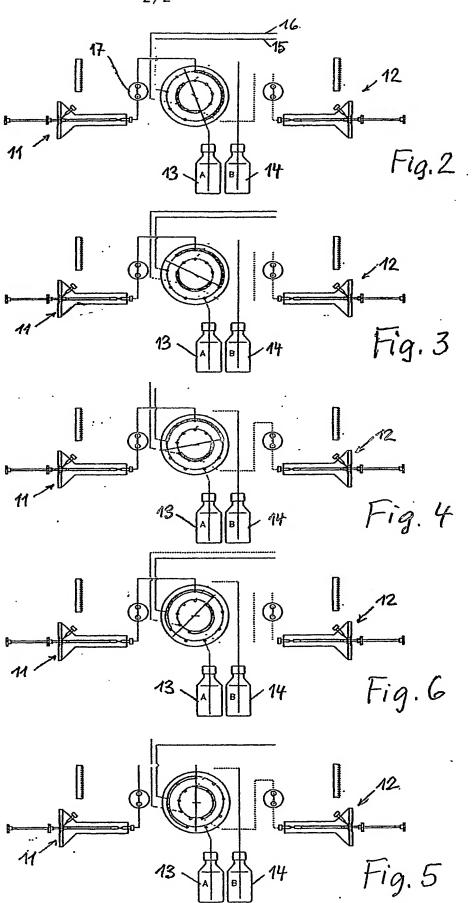
 Nach Beendigung des Füllvorganges wird der Rotor um einen Winkelschritt im Uhrzeigersinn gedreht. In dieser in Fig. 6 gezeigten Position verbindet die innere Nut keine Anschlüsse, so dass die Pumpe 12 das Lösungsmittel auf den gewünschten Förderdruck vorkomprimieren kann. Für Pumpe 11 hat sich immer noch nichts geändert, d.h. sie kann weiterhin gleichmässig fördern. Es erfolgen weitere Rotordrehungen im Uhrzeigersinn, bis wieder die Situation gemäss Fig. 2 erreicht ist.

- 6 -

Patentanspruch

Rotationsventil für die Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC) mit einem Stator mit Anschlüssen für Lösungsmittelreservoire, Pumpen, Chroma-5 tographiesäulen etc. und von den Anschlüssen zu Mündungen in einer Kontaktfläche führenden Bohrungen, sowie einen scheibenförmigen Rotor mit stirnseitigen Verbindungsnuten zur wahlweisen Verbindung verschiedener Anschlüsse untereinander, dadurch gekennzeichnet, dass die Mündungen in der 10 Kontaktfläche gleichmässig auf zwei konzentrische Kreise verteilt und die Verbindungsnuten in der Rotorstirnfläche kreissegmentförmig ausgebildet und so angeordnet sind, dass in definierten Rotorpositionen auf jedem Kreis fünf An-15 schlüsse gleichzeitig miteinander verbunden sind.





ERSATZBLATT (REGEL 26)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Internal Application No PCT/CH2004/000207

PCT/CH2004/000207 A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 7 G01N30/20 F16K F16K11/074 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 7 G01N F16K Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, WPI Data, PAJ C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages Relevant to claim No. X WO 02/12878 A (DOEBELIN WERNER) 1 14 February 2002 (2002-02-14) the whole document claim 1 PATENT ABSTRACTS OF JAPAN Χ 1 vol. 011, no. 252 (P-605) 15 August 1987 (1987-08-15) -& JP 62 056858 A (TOYO SODA MFG CO LTD), 12 March 1987 (1987-03-12) abstract US 4 625 569 A (BABA NOBUYUKI X 2 December 1986 (1986-12-02) abstract; figures 1A-37C Further documents are listed in the continuation of box C. X Patent family members are listed in annex. Special categories of cited documents: "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance invention 'E' earlier document but published on or after the international *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such docu-"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or ments, such combination being obvious to a person skilled document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed *&* document member of the same patent family Date of the actual completion of the international search Date of malling of the international search report 28 May 2004 24/06/2004 Name and mailing address of the ISA Authorized officer European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswljk Tel. (+31–70) 340–2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31–70) 340–3016 Awad, P

1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No PCT/CH2004/000207

C (Cantino	ation) DOCUMENTS CONCIDENTS TO THE TAIL	PCT/CH2004/000207
Category °	ation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT	
Jaiegoly *	Citation of document, with Indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 3 477 207 A (AUGER FRANK PAWLEY) 11 November 1969 (1969-11-11) figures 1-7	1
		-

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

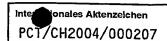
mation on patent family members

PCT/CH2004/000207

	itent document I in search report		Publication date		Patent family member(s)	Publication date
WO	0212878	Α	14-02-2002	AU WO	7400200 A 0212878 A1	18-02-2002 14-02-2002
JP	62056858	Α	12-03-1987	NONE		
US	4625569	A	02-12-1986	JP JP JP JP JP	1696747 C 3060067 B 60149973 A 1749517 C 4035019 B 61134668 A	28-09-1992 12-09-1991 07-08-1985 08-04-1993 09-06-1992 21-06-1986
US	3477207	A	11-11-1969	DE FR GB NL	1648826 A1 1582757 A 1189995 A 6710989 A	23-03-1972 10-10-1969 29-04-1970 12-02-1968

Form PCT/ISA/210 (patent family annex) (January 2004)

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT



A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES IPK 7 G01N30/20 F16K11/074

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole) IPK 7 G01N F16K

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentillchungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der Internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

Kategorie°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	WO 02/12878 A (DOEBELIN WERNER) 14. Februar 2002 (2002-02-14) das ganze Dokument Anspruch 1	1
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 011, no. 252 (P-605), 15. August 1987 (1987-08-15) -& JP 62 056858 A (TOYO SODA MFG CO LTD), 12. März 1987 (1987-03-12) Zusammenfassung	1
X	US 4 625 569 A (BABA NOBUYUKI ET AL) 2. Dezember 1986 (1986-12-02) Zusammenfassung; Abbildungen 1A-37C	1

		_	
۰B	esondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :	•7•	Spätere Veröffentlichung, die nach dem Internationalen Anmeldedatum
'A'	Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist	·	oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der
'E'	älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist		Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist
.r.	Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft er- scheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden		Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden
	soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)	•Y•	Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht "P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist *& Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist Datum des Abschlusses der Internationalen Recherche

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu

28. Mai 2004 24/06/2004

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Siehe Anhang Patentfamilie

Awad, P

Formblatt PCT/ISA/210 (Blatt 2) (Januar 2004)

Absendedatum des Internationalen Recherchenberichts

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT



		PCT/CH2004/000207			
C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN Kategorie* Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile Betr. Anspruc					
varedoue	bezeichnung der veronentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht komm	nenden Teile	Betr. Anspruch Nr.		
A	US 3 477 207 A (AUGER FRANK PAWLEY) 11. November 1969 (1969-11-11) Abbildungen 1-7		1		
:					

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, uie zur selben Patentfamilie gehören

Interpolates Aktenzeichen ·
PCT/CH2004/000207

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
WO 0212878	Α	14-02-2002	AU WO	7400200 A 0212878 A1	18-02-2002 14-02-2002
JP 62056858	Α	12-03-1987	KEINE		
US 4625569	A	02-12-1986	JP JP JP JP JP	1696747 C 3060067 B 60149973 A 1749517 C 4035019 B 61134668 A	28-09-1992 12-09-1991 07-08-1985 08-04-1993 09-06-1992 21-06-1986
US 3477207	Α	11-11-1969	DE FR GB NL	1648826 A1 1582757 A 1189995 A 6710989 A	23-03-1972 10-10-1969 29-04-1970 12-02-1968

Formblatt PCT/ISA/210 (Anhang Patentiamilie) (Januar 2004)